

P

Pat nt Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 07278478
PUBLICATION DATE : 24-10-95

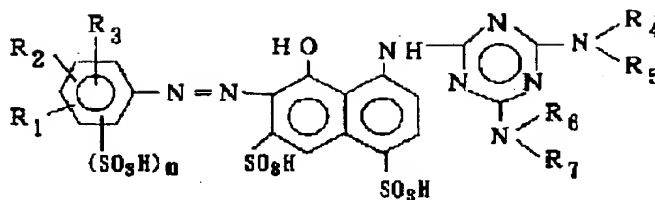
APPLICATION DATE : 11-04-94
APPLICATION NUMBER : 06072186

APPLICANT : MITSUBISHI CHEM CORP;

INVENTOR : MURATA YUKICHI;

INT.CL. : C09D 11/00 C09D 11/02 // C09B 29/30

TITLE : RECORDING FLUID



ABSTRACT : PURPOSE: To obtain a high-density recorded image improved in print quality, lightfastness, water resistance, long-term stability, and color tone by incorporating a specific colorant into a recording fluid.

CONSTITUTION: This recording fluid is prepd. by adding 0.05-5wt.% colorant of the formula [wherein R_1 to R_3 are each a 1-9C (un)subst. alkyl, a 1-9C alkoxy, a halogen, H, hydroxy, optionally subst. carbamoyl (un)subst. sulfamoyl, (un)subst. amino, nitro, sulfonic ester, sulfonyl, COOH, or carboxylic ester; (m) is 0-2; R_4 to R_7 are each H, a 1-18C (un)subst. alkyl, a 1-18C (un) subst. an alkenyl, aryl, aralkyl, alicyclic, or heterocyclic], 0.1-1wt.% compd. selected from the group consisting of urea, thiourea, biuret, and semicarbazine, and 0.001-5.0wt.% surfactant to a solvent comprising 45-95wt.% water and 1-50wt.% water-sol. org. solvent.

COPYRIGHT: (C) JPO

THIS PAGE BLANK (USPTO)

19



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

11 Veröffentlichungsnummer:

0 148 496
A2

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 84116200.1

51 Int. Cl.: **C 09 B 67/26, D 06 P 1/382**
// C09B62/245, C09B67/54

22 Anmeldetag: 22.12.84

30 Priorität: 07.01.84 DE 3400412

71 Anmelder: **BAYER AG, Konzernverwaltung RP**
Patentabteilung, D-5090 Leverkusen 1 Bayerwerk (DE)

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung: 17.07.85
Patentblatt 85/29

72 Erfinder: **Wolff, Joachim, Dr., Neuenhauserweg 6,**
D-5060 Bergisch-Gladbach (DE)
Erfinder: **Wolf, Karlheinz, Dr., Paul-Klee-Strasse 77,**
D-5090 Leverkusen (DE)
Erfinder: **Wegner, Peter, Dr., Geibelstrasse 9,**
D-5090 Leverkusen (DE)

84 Benannte Vertragsstaaten: **CH DE FR LI**

54 Lagerstabile Lösungen von Reaktivfarbstoffen.

57 Lagerstabile konzentrierte wäßrige Lösungen von pyrimidinreaktivgruppenhaltigen Azofarbstoffen des I-Säure-Typs werden erhalten, wenn man als Lösungsvermittler eine Mischung aus Harnstoff mit N-Methylharnstoff und/oder N,N'-Dimethylharnstoff verwendet.

EP 0 148 496 A2

ACTORUM AG

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

- 1 -

5090 Leverkusen, Bayerwerk

Zentralbereich

Patente, Marken und Lizenzen Er/K/Ke-c

Lagerstabile Lösungen von Reaktivfarbstoffen

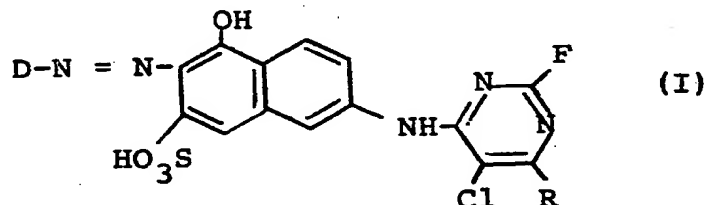
Die vorliegende Erfindung betrifft wäßrige Lösungen von pyrimidinreaktivgruppenhaltigen Azofarbstoffen vom I-Säure-Typ, die als Lösungsvermittler Harnstoff - und Harnstoff-Derivate enthalten.

- 5 Von einigen in Wasser besonders gut löslichen Reaktivfarbstoffklassen abgesehen, bereitet die Herstellung von konzentrierten (≥ 10 Gew.-% Reinfarbstoff), lagerstabilen Farbstofflösungen immer wieder große Schwierigkeiten.
- 10 Es ist daher bereits vorgeschlagen worden, zur Löslichkeitsverbesserung Carbonsäuren, Glykole, Glykolether, Carbonsäureamide, Sulfone, Sulfoxide sowie auch Harnstoff und dessen Derivate (vgl. z.B. DE-A 2 458 580) bei der Herstellung solcher Lösungen einzusetzen.
- 15 Es ist bislang jedoch nicht gelungen, im ausreichendem Maße praxisstabile Färbepreparationen von pyrimidinreaktivgruppenhaltigen Azofarbstoffen von I-Säure-Typ unter Zusatz von Lösungsvermittlern herzustellen.

Le A 22 833

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß sich auch die pyrimidinreaktivgruppenhaltigen Azofarbstoffe von I-Säure-Typ in konzentrierte Lösungen überführen lassen, wenn man Mischungen aus Harnstoff mit N-Methylharnstoff und/oder vorzugsweise N,N'-Dimethylharnstoff als Lösungsvermittler verwendet, wobei das Mischungsverhältnis 5:1 bis 1:20 beträgt. Vorzugsweise werden Gemische im Gewichtsverhältnis von 5:1 - 1:16, insbesondere 5:1 - 1:7, eingesetzt. Die Gewichtsverhältnisse beziehen den jeweils auf das Verhältnis Harnstoff : subst. Harnstoff.

Diese Hilfsmittelgemische eignen sich insbesondere zur Herstellung lagerstabiler Lösungen von Farbstoffen, die in Form der freien Säure der Formel

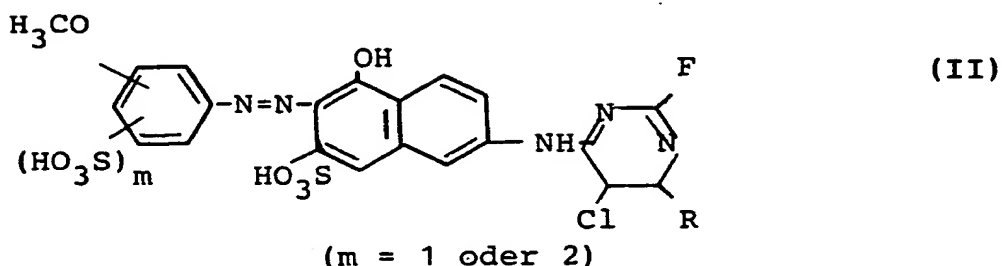


15 entsprechen,

worin D für eine sulfogruppenhaltige Diazokomponente der Benzol- oder Naphthalinreihe und R für F oder CH₃ stehen.

Le A 22 833

Besonders bevorzugt ist die Herstellung von Lösungen von Farbstoffen, die in Form der freien Säure der Formel



entsprechen.

- 5 Im allgemeinen liegen die Farbstoffe in den Lösungen nicht als freie Säure, sondern in Form ihrer Salze, insbesondere Alkali- und Ammoniumsalze vor. Bevorzugt sind Na^+ , Li^+ und NH_4^+ -Salze.

- 10 Die erfindungsgemäßen Reaktivfarbstofflösungen haben im allgemeinen folgende Zusammensetzung:

10	- 25 %, vorzugsweise	12	- 20 %, Reinfarbstoff
10	- 45 %, vorzugsweise	20	- 40 % Harnstoffgemisch
0,05	- 5 %, vorzugsweise	0,1	- 1 % Puffersubstanz für pH 4,5 - 8
0,05	- 5 %, vorzugsweise	0,1	- 3 % anorganische Salze
15	Rest bis 100 %		<u>Wasser</u>
	(% = Gew.-%)		

Vorteilhafterweise verwendet man zur Herstellung der Lösungen solche Farbstoffe, die einen möglichst geringen (zumeist synthesebedingten) Anteil an anorganischen

Le A 22 833

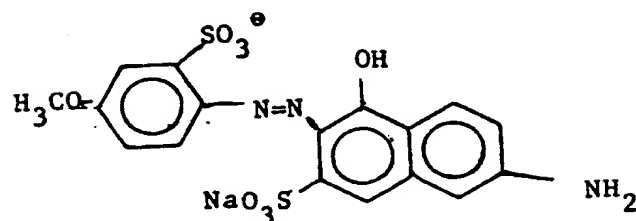
Salzen (Sulfate, Chloride etc.) aufweisen. Solche salzarmen Produkte kann man auf verschiedene Weise erhalten:

- 5 a) Der salzhaltige Preßkuchen bzw. die getrocknete salzhaltige Fabrikware wird mehrfach mit destilliertem Wasser gewaschen und erneut isoliert.
- b) Der bei der Synthese anfallende Farbstoffslurry wird mittels Druckpermeation entsalzt und aufkonzentriert (vgl. DE-A 2 948 292).
- 10 c) Daß man den Reaktivfarbstoff, ausgehend von dem entsprechenden reaktivgruppenfreien Aminofarbstoff, der als solcher bereits salzarm ist, herstellt, etwa gemäß DE-A 3 207 534. Zur Herstellung der erfindungsgemäßen Lösungen werden dann die salzarmen Farbstoffpreßkuchen bzw. -dispersionen mit dem Harnstoffgemisch und den Puffersubstanzen sowie gegebenenfalls anderen Hilfsmitteln (z.B. mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmitteln) versetzt. Sie sind direkt gebrauchsfertig. Die erhaltenen
15 Lösungen zeichnen sich durch eine monatelange Lagerstabilität bei Temperaturen von -10°C bis 30°C aus. Mittelfristig (ca. 4 Wochen) sind die Lösungen
20 auch bei Temperaturen von 40°C bis 45°C stabil.

Le A 22 833

Beispiel 1

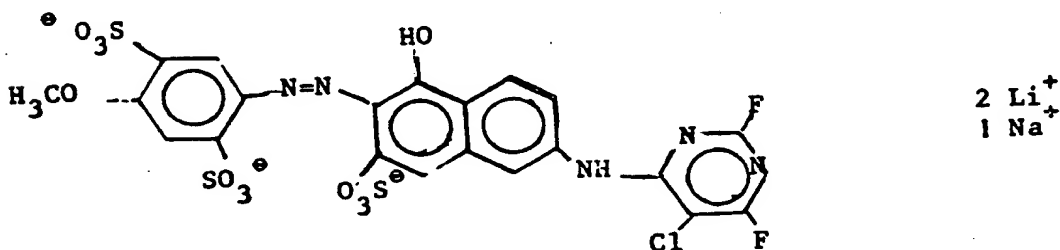
0,3 mol des sauren Azofarbstoffs



5 werden in 340 ml Wasser, 138 g N,N'-Dimethylharnstoff,
154 g Harnstoff dispergiert und mit LiOH.H₂O auf
pH = 6 gestellt. Nach Zugabe von 1,2 g einer Fällungs-
kieselsäure mit einer Oberfläche von 200 m²/g und 190 g
Eis wird mit 0,36 mol 2.4.6-Trifluor-5-chlorpyrimidin
10 in Gegenwart einer Mischung aus 3,5 g Li₂CO₃ und 11 g
CaCO₃ im leicht sauren Bereich kondensiert. Nach been-
deter Reaktion werden weitere 54 g Harnstoff, 27 g N,N'-
Dimethylharnstoff zugegeben und filtriert. Man erhält
eine lagerstabile Reaktivfarbstofflösung, die nach Zu-
satz der für die Reaktivfärberei üblichen Hilfsmittel
15 natürliche und regenerierte Cellulosefasern in rot -
orange Tönen färbt.

Beispiel 2

0,3 mol des Azoreaktivfarbstoffs der Formel



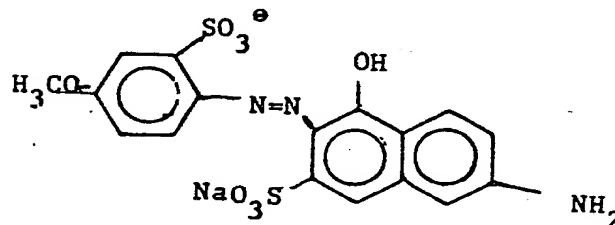
Le A 22 833

mit einem Salzgehalt ≤ 4 Gew.-% werden in einem Gemisch aus 95 g N,N'-Dimethylharnstoff, 190 g Harnstoff und 480 g Wasser bei pH = 8 gelöst. Man erhält nach Zugabe von 0,5 Gew.-% NaHCO₃ eine lagerstabile Lösung, die nach Zusatz der für die Reaktivfärberei üblichen Hilfsmittel natürliche und regenerierte Cellulosefasern in rot - orangen Tönen färbt.

Beispiel 3

0,3 mol des sauren Azofarbstoffs

10



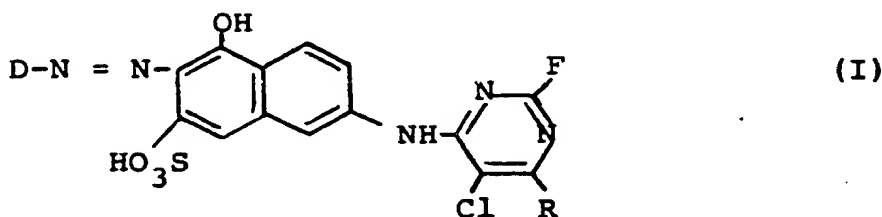
werden in 340 ml Wasser, 200 g Methylharnstoff, 80 g Harnstoff dispergiert und mit LiOH.H₂O auf pH = 6 gestellt. Nach Zugabe von 1,2 g einer Fällungskieselsäure mit einer Oberfläche von 200 m²/g und 180 g Eis wird mit 0,36 mol 2.4.6-Trifluor-5-chlorpyrimidin in Gegenwart einer Mischung aus 3,5 g Li₂CO₃ und 11 g CaCO₃ im leicht sauren Bereich kondensiert. Nach beendeter Reaktion werden weitere 54 g Harnstoff, 27 g Methylharnstoff zugegeben und filtriert. Man erhält eine lagerstabile Reaktivfarbstofflösung, die nach Zusatz der für die Reaktivfärberei üblichen Hilfsmittel natürliche und regenerierte Cellulosefasern in rot - orangen Tönen färbt.

Le A 22 833

Patentansprüche

1. Lagerstabile konzentrierte wäßrige Lösungen von pyrimidinreaktivgruppenhaltigen Azofarbstoffen des I-Säure-Typs, dadurch gekennzeichnet, daß diese eine Mischung aus Harnstoff mit N-Methylharnstoff und/oder N,N'-Dimethylharnstoff als Lösungsvermittler enthalten, wobei das Mischungsverhältnis 5:1 bis 1:20 beträgt.

2. Lagerstabile Lösungen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Farbstoffe solche eingesetzt werden, die in Form der freien Säure der Formel

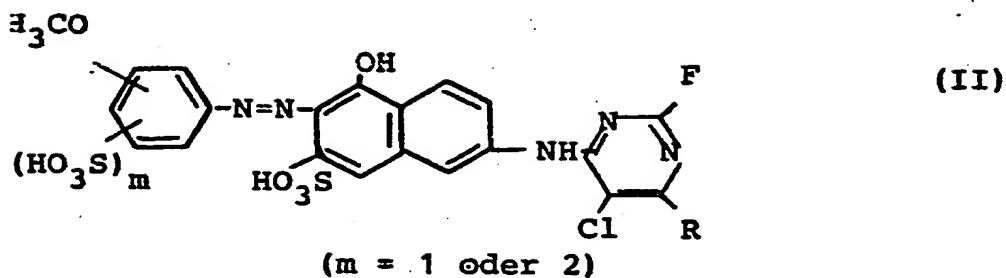


entsprechen,

worin D für eine sulfogruppenhaltige Diazokomponente der Benzol- oder Naphthalinreihe und R für F oder CH₃ stehen.

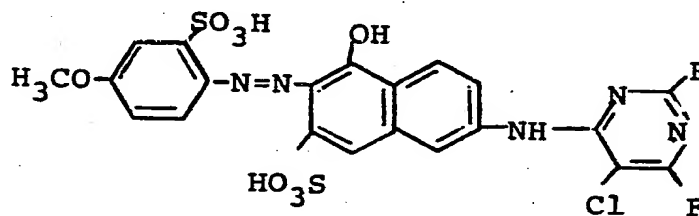
3. Lagerstabile Lösungen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß als Farbstoffe solche eingesetzt werden, die in Form der freien Säure der Formel

Le A 22 833



entsprechen.

4. Lagerstabile Lösungen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Verbindung der Formel



bevorzugt als deren Na-, NH_4^+ - oder Li-Salz als Farbstoff eingesetzt wird.

5. Lagerstabile Lösungen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Mischungsverhältnis der Harnstoffe 5:1 bis 1:7 beträgt.
6. Lagerstabile Lösungen gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Farbstoffanteil 12 - 20 Gew.-% und der Anteil des Harnstoffgemisches 20 - 40 Gew.-% beträgt.

Le A 22 833

7. Verwendung der lagerstabilen Lösungen gemäß Anspruch 1, zur Zubereitung von Färbädern und Druckpasten für natürliche und synthetische Substrate.

Le A 22 833

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-278478

(43) 公開日 平成7年(1995)10月24日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 D 11/00	P S Z			
11/02	P T F			
// C 0 9 B 29/30				

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願平6-72186

(22) 出願日 平成6年(1994)4月11日

(71) 出願人 000005968

三菱化学株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72) 発明者 佐野 秀雄

神奈川県横浜市緑区鴨志田町1000番地 三

菱化成株式会社総合研究所内

(72) 発明者 村田 勇吉

神奈川県横浜市緑区鴨志田町1000番地 三

菱化成株式会社総合研究所内

(74) 代理人 弁理士 長谷川 暁司

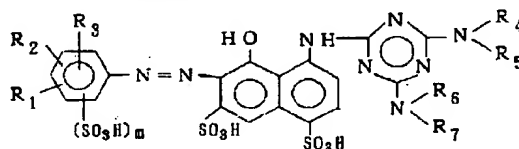
(54) 【発明の名称】 記録液

(57) 【要約】

* なることを特徴とする記録液。

【構成】 水性媒体と遊離酸の形が下記一般式〔1〕で示される色素から選ばれる少なくとも1種の色素を含有す*

〔化1〕



... (1)

(式中、R₁、R₂及びR₃は、それぞれ独立に、アルキル基、アルコキシ基、ハロゲン原子、水素原子等の基をあらわし、mは0、1または2の数であらわし、R₄、R₅、R₆及びR₇は、それぞれ独立に、水素原子、アルキル基、アルケニル基、アリール基等、これらの基がCOOH基などの置換基を有する基等を表わ

す。)

【効果】 本発明の記録液は、インクジェット記録用、筆記用具用として用いられ、普通紙に記録した場合、マゼンタ色の記録物を得ることができ、その印字濃度及び耐光性、耐水性が優れている他、記録液としての保存安定性も良好である。

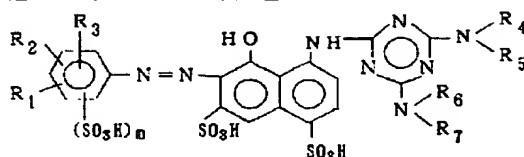
【特許請求の範囲】

【請求項1】 水性媒体と遊離酸の形が下記一般式

〔1〕で示される色素から選ばれる少なくとも1種の色*

*素を含有することを特徴とする記録液。

〔化1〕



…〔1〕

(式中、R₁、R₂及びR₃は、それぞれ独立に、炭素数1～9の置換もしくは非置換のアルキル基、炭素数1～9のアルコキシ基、ハロゲン原子、水素原子、ヒドロキシル基、置換もしくは非置換のカルバモイル基、置換もしくは非置換のスルファモイル基、置換もしくは非置換のアミノ基、ニトロ基、スルホン酸エステルの基、スルホニル基、COOH基、または、カルボン酸エステルの基をあらわし、

mは0、1または2の数をあらわし、

R₄、R₅、R₆及びR₇は、それぞれ独立に、水素原子、炭素数1～18の置換もしくは非置換のアルキル基、炭素数1～18の置換もしくは非置換のアルケニル基、アリール基、アラルキル基、アリサイクリック基、またはヘテロサイクリック基をあらわす。)

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は記録液に関するものである。詳しくはインクジェット記録に適した記録液に関するものである。

【0002】

【従来の技術】直接染料や酸性染料等の水溶性染料を含む記録液の液滴を微小な吐出オリフィスから飛翔させて記録を行う、いわゆるインクジェット記録方法が実用化されている。この記録液に関しては、電子写真用紙のPPC(ブレインペーパーコピー)用紙、ファンホールド紙(コンピューター等の連続用紙)等の一般事務用に汎用される記録紙に対する定着が速く、しかも印字物の印字品位が良好であること、即ち印字ににじみがなく輪郭のはっきりしていることが要求されると共に、記録液としての保存時の安定性も優れていることが必要であり、従って使用できる溶剤が著しく制限される。

【0003】一方、記録液用の染料に関しては、上記のような限られた溶剤に対して十分な溶解性を有すると共に、記録液として長期間保存した場合にも安定であり、また印字された画像の濃度が高く、しかも耐水性、耐光性に優れていること等が要求されるが、これ等の多くの要求を同時に満足させることは困難であった。このため種々の方法(例えば特開昭61-101574号、特開昭61-101576号、特開昭61-195176号、特開昭61-62562号、特開昭61-2477

71号、特開昭62-155168号、特開昭63-63765号、特開昭63-295685号、特開平1-123866号、特開平2-16171号、特開平3-122171号、特開平3-203970号、特開平4-15327号、特開平4-279671号等)が提案されているが、市場の要求を十分に満足するには至っていない。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、インクジェット記録用、筆記用具用等として、普通紙に記録した場合にも印字品位が良好であると共に、記録画像の濃度が高く、耐光性及び耐水性及び記録画像の色調に優れており、長期間保存した場合の安定性が良好であるマゼンタ色の記録液を提供することを目的とするものである。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、記録液成分として特定の色素を使用した場合に、上記の目的が達成されることを確認し本発明を達成したものである。即ち本発明の要旨は、水性媒体と前記請求項1において遊離酸の形が一般式〔1〕で表される色素の少なくとも1種を含有する記録液に存する。

【0006】以下本発明を詳細に説明する。本発明で使用する色素は、遊離酸の形が前記請求項1において一般式〔1〕で表されるものである。詳しくは前記一般式〔1〕において、R₁、R₂およびR₃で表される置換基としては、それぞれ独立に炭素数1～9の置換または非置換のアルキル基(例えば、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、トリフロロメチル基、ジメチルアミノメチル基等)、炭素数1～9のアルコキシ基(例えば、メトキシ基、イソプロポキシ基、n-ブトキシ基等)、ハロゲン原子(例えば、フッ素原子、塩素原子、臭素原子等)、水素原子、ヒドロキシル基、置換または非置換のカルバモイル基(例えば、カルバモイル基、N、N-ジメチルカルバモイル基、フェニルカルバモイル基等)、置換または非置換のスルファモイル基(例えば、スルファモイル基、N-メチルスルファモイル基、N-エチルスルファモイル基、N-エチル-N-フェニルスルファモイル基、N、N-ジメチルスルファモイル基、p-カルボキシフェニルス

ルファモイル基等)、置換または非置換のアミノ基(例えば、N-メチルアミノ基、カルバモイルアミノ基、N、N-ジエチルアミノ基、アセチルアミノ基等)、ニトロ基、スルホン酸エステルの基(例えばフェノキシスルホニル基等)、スルホニル基(例えばヒドロキシエチルスルホニル基、ベンジルスルホニル基等)、COOH基及びカルボン酸エステルの基(例えばメトキシカルボキニル基等)が挙げられる。

【0007】mは0、1または2を表す。R₄、R₅、R₆及びR₇で表される置換基としては、それぞれ独立10に、水素原子、炭素数1~18の置換または非置換のアルキル基(例えば、エチル基、n-ブチル基、n-オクチル基、エチルヘキシル基、ヒドロキシエチル基、カルボキシプロピル基、カルボキシシクロヘキシルメチル基、1-カルボキシ-2-メルカプトエチル基、1-カルボキシ-2-カルバモイル-エチル基、1-イソプロピル-1-カルボキシメチル基、1、2-ジカルボキシプロピル基等のカルボキシ基を有するアルキル基等)、炭素数1~18の置換または非置換のアルケニル基(例えば、2-メチル-1-プロペニル基、ビニル基、アリル基等)、アリール基(例えば、3、4-ジカルボキシフェニル基、4-ブチルフェニル基、4-カルボキシフェニル基等)、アラルキル基(例えば、ベンジル基、1-カルボキシ-2-フェニル-エチル基、1-カルボキシ-2-ヒドロキシフェニルエチル基、4-カルボキシベンジル基等)、アリサイクリック基(例えば、シクロヘキシル基、4-カルボキシシクロヘキシル基等)、ヘテロサイクリック基(例えば、ピリジル基、チアジアゾリル基、ベンゾチアジアゾリル基、2、2、6、6-テトラメチルピペリジニル基等)が挙げられ、特に 20 30

有利にはR₄、R₅、R₆又はR₇の少なくとも一つが1~4個のCOOH基で置換されているアルキル基、アルケニル基、アリール基、アリサイクリック基、アラルキル基もしくはヘテロサイクリック基等が挙げられる。

【0008】より好ましくはR₄、R₅、R₆又はR₇の少なくとも一つが1~4個のCOOH基で置換されているアルキル基、アルケニル基、アリール基、アラルキル基もしくはシクロヘキシル基が挙げられる。本発明で使用される色素は一般式【1】で示される遊離酸型のまま使用してもよいが、塩型で使用してもよい。また一部の酸基が塩型のものであってもよく、塩型の色素と遊離酸型の色素が混在していてもよい。このような塩型の例としてNa、Li、K等のアルカリ金属の塩、アルキル基もしくはヒドロキシアリル基で置換されていてもよいアンモニウム塩、又は有機アミンの塩があげられる。有機アミンの例として、低級アルキルアミン、ヒドロキシ置換低級アルキルアミン、カルボキシ置換低級アルキルアミン及び炭素数2~4のアルケレンイミン単位を2~10個有するポリアミン等があげられる。これらの塩型の場合、その種類は1種類に限られず複数種混在していてもよい。

【0009】また、本発明で使用する色素の構造において、その1分子中に酸基が複数個含まれる場合は、その複数の酸基は塩型あるいは酸型であり互いに異なるものであってもよい。これ等の色素の具体例としては、例えば以下のNo. 1-36に示す構造の色素が挙げられる。

【0010】

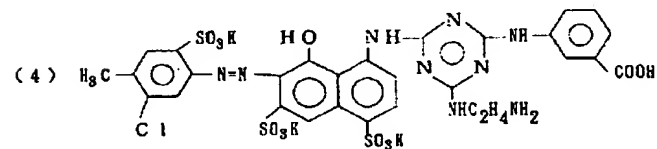
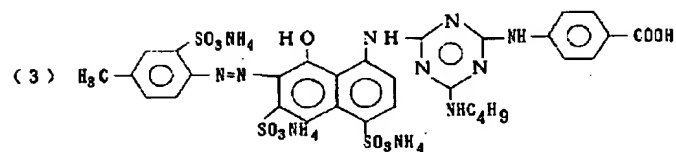
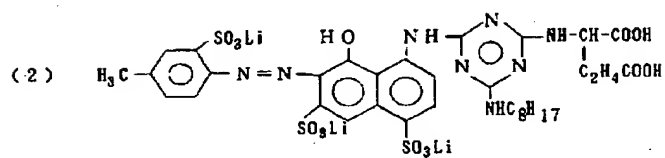
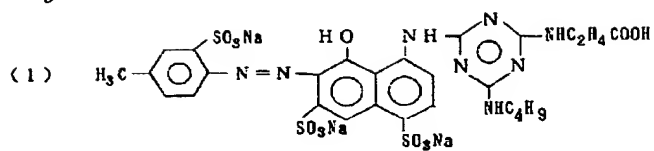
【化2】

(4)

特開平7-278478

5

6

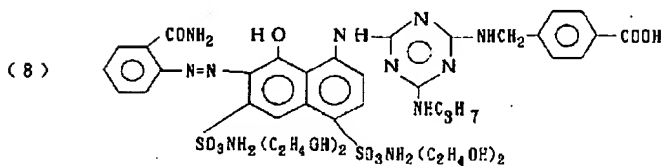
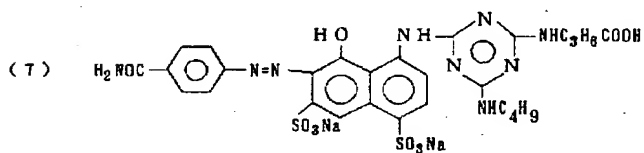
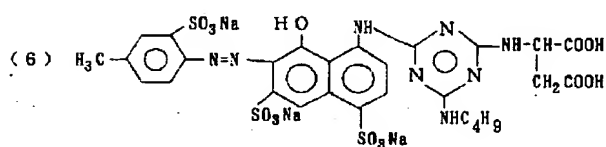
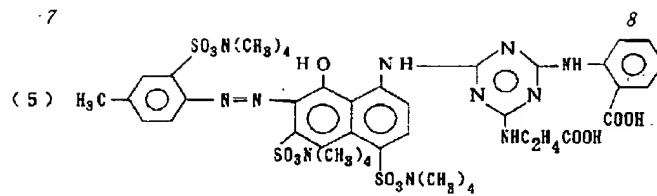


[0011]

[化3]

(5)

特開平7-278478



[0012]

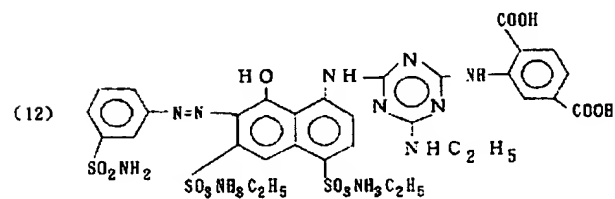
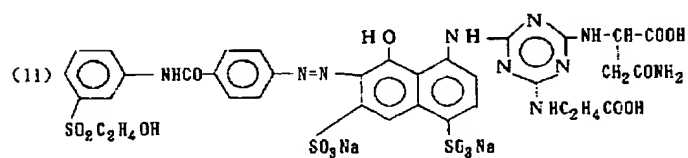
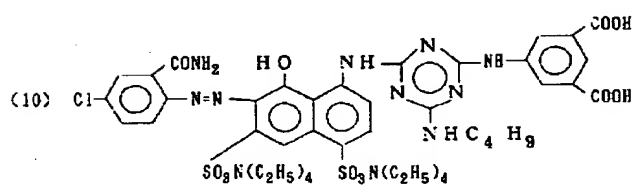
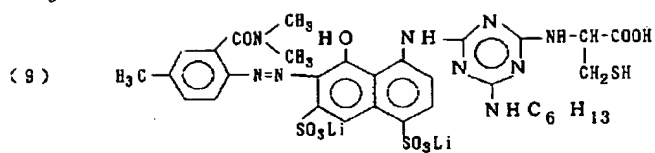
[化4]

(6)

特開平7-278478

9

10



[0013]

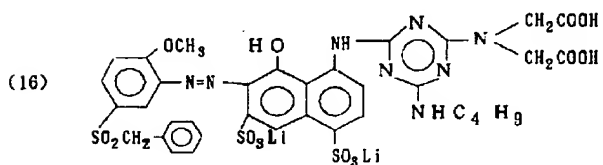
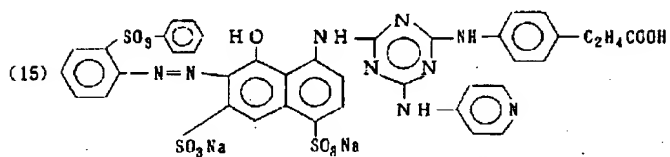
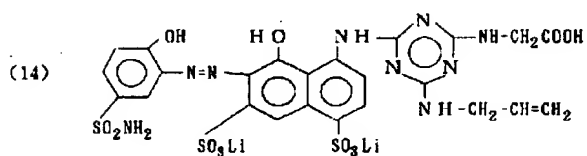
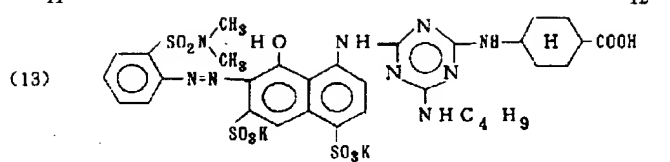
30 [化5]

(7)

特開平7-278478

11

12



[0014]

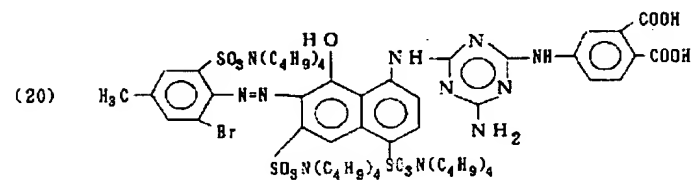
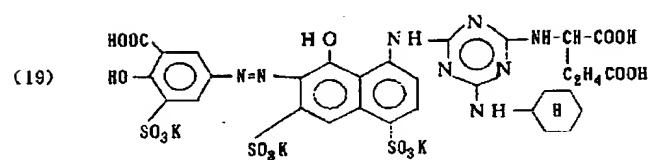
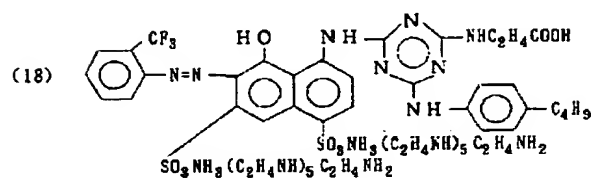
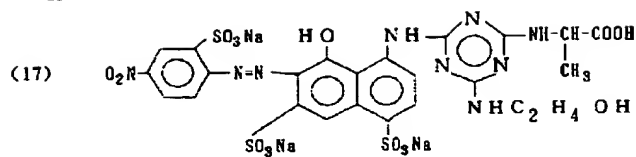
[化6]

(8)

特開平7-278478

13

14



[0015]

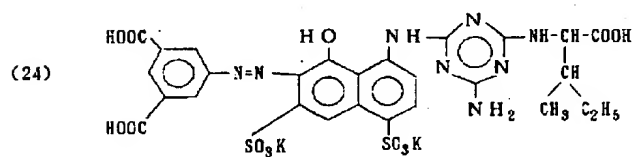
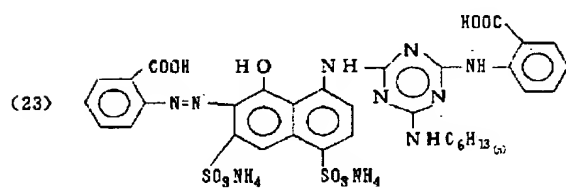
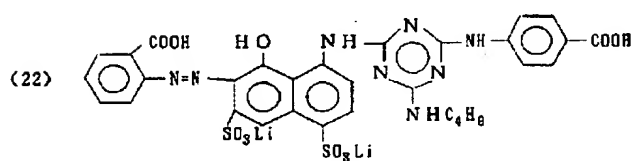
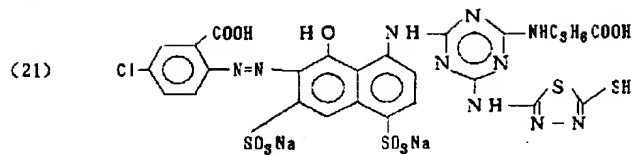
[化7]

(9)

特開平7-278478

15

16



[0016]

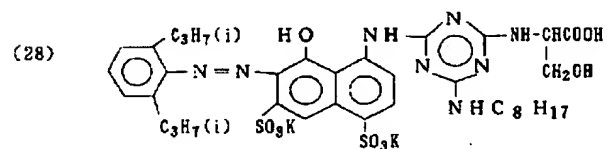
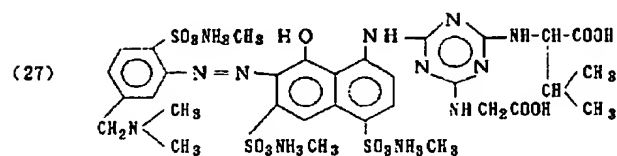
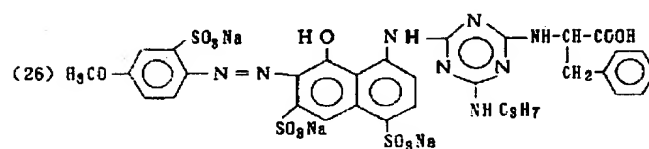
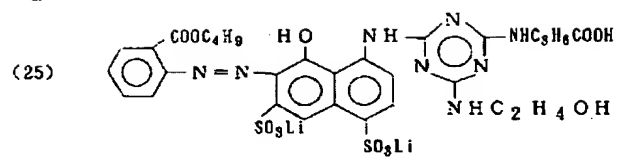
[化8]

(10)

特開平 7-278478

17

18



[0017]

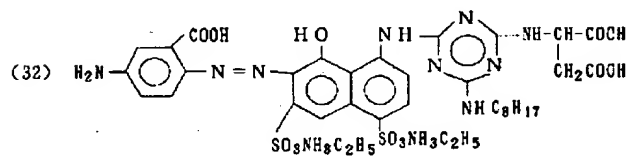
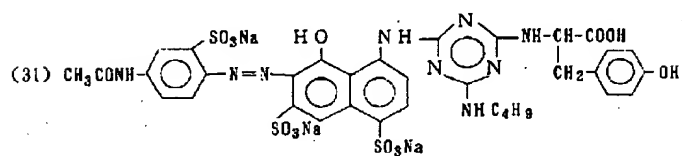
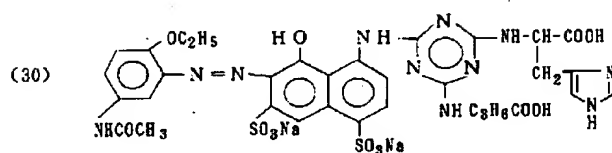
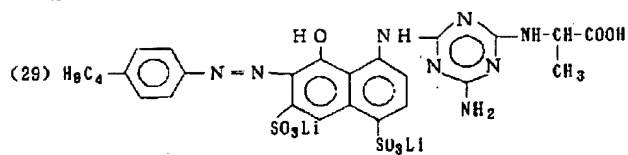
[化9]

(11)

特開平7-278478

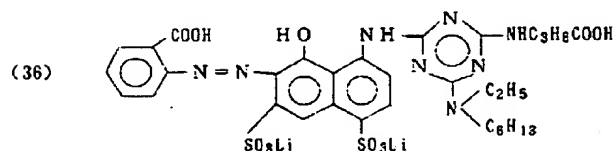
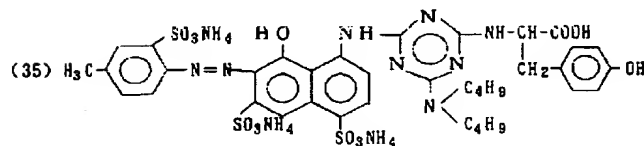
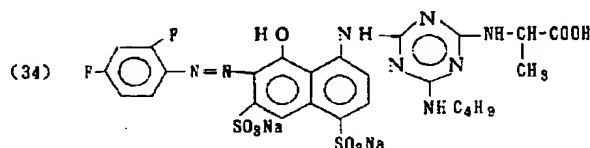
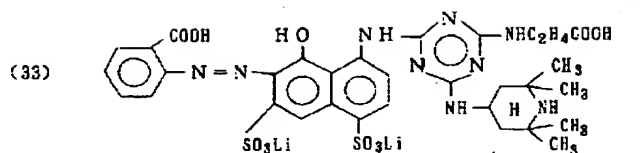
19

20



[0018]

[化10]



【0019】一般式(1)で示されるアゾ色素は、それ自体周知の方法に従って製造することができる。例えば

【0020】(A) 4-アミノトルエン-3-スルホン酸と1-アミノ-8-ヒドロキシ-4,6-ナフタレンジスルホン酸(K酸)とから常法(例えば、細田豊著「新染料化学」(昭和48年12月21日技報堂発行)第396~409頁参照)に従って、ジアゾ化、カップリング工程を経てモノアゾ化合物を製造する。

【0021】(B) 得られたモノアゾ化合物を塩化シアヌル懸濁液にpH4~6、温度0~5℃を保持しながら加えて、数時間反応を行う。次いで室温にてアルカリ性

(C) 冷却後、塩化ナトリウムで塩析することにより目的の色素No. (1)が得られる。

【0022】記録液中における前記一般式(1)の色素の含有量としては、記録液全量に対して0.5~5重量%、特に2~4重量%程度が好ましい。本発明に用いられる溶剤としては、水及び水溶性有機溶剤として、例えばエチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレ

ングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、ポリエチレングリコール(#200)、ポリエチレングリコール(#400)、グリセリン、N-メチルピロリドン、N-エチルピロリドン、1,3-ジメチルイミダゾリジノン、チオジエタノール、ジメチルスルホキシド、エチレングリコールモノアルキルエーテル、エチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチレングリコールモノメチルエーテル、2-ピロリドン、スルホラン、エチルアルコール、イソプロパノール等を含有しているのが好ましい。これ等の水溶性有機溶剤は、通常記録液の全量に対して1~50重量%の範囲で使用される。一方、水は記録液の全量に対して45~95重量%の範囲で使用される。

【0023】本発明の記録液に、その全量に対して0.1~10重量%、好ましくは0.5~5重量%の尿素、チオ尿素、ピウレット、セミカルバジドから選ばれる化合物を添加したり、又0.001~5.0重量%の界面活性剤を添加することによって、印字後の速乾性及び印字品位をより一層改良することができる。

【0024】
【実施例】以下本発明を実施例について更に詳細に説明するが、本発明はその要旨を越えない限りこれ等の実施例に限定されるものではない。

【0025】〔実施例1〕ジエチレングリコール10重量部、イソプロピルアルコール3重量部、前記No. 1の色素3重量部に水を加え、アンモニア水でpHを9に調整して全量を100重量部とした。この組成物を十分に混合して溶解し、孔径1 μ mのテフロンフィルターで加圧濾過した後、真空ポンプ及び超音波洗浄機で脱気処理して記録液を調整した。得られた記録液を使用し、インクジェットプリンター（商品名HG-3000、エプソン社製）を用いて電子写真用紙（ゼロックス社製）にインクジェット記録を行い、高濃度のマゼンタ色印字物を得た。また下記に（a）、（b）及び（c）の方法による諸評価を行った結果を示す。

【0026】（a）記録画像の耐光性：キセノンフェードメーター（スガ試験機社製）を用い、記録紙に100時間照射したが、照射後の変退色は小さかった。

【0027】（b）記録画像の耐水性：

耐水性試験

（1）試験方法

水道水中に記録画像を5分間浸漬したのち、

①目視にて画像の滲みを調べた。

②浸漬前後のベタ印字部分のOD値をマクベス濃度計（TR927）にて測定した。

【0028】（2）試験結果

上記①の結果画像のにじみはわずかであった。また上記②の浸漬前後のベタ印字部分の濃度変化を下記式によるOD残存率で示すと、87.2%であった。

OD残存率＝（浸漬後OD値／浸漬前OD値）×100（%）

【0029】（c）記録液の保存安定性：

記録液をテフロン容器に密閉し、5℃及び60℃で1ヶ月間保存した後の変化を調べたところ、不溶物の析出は認められなかった。

【0030】〔実施例2〕グリセリン5重量部、エチレングリコール10重量部、前記No. 8の色素25重量

部に水を加え、アンモニア水でpHを9に調整して全量を100重量部とし、この組成物を実施例1に記載の方法により処理して記録液を調整した。この記録液を用いて、実施例1と同様に印字を行った結果、高濃度のマゼンタ色記録物を得た。またこの記録物に対し、実施例1の（a）～（c）による諸評価を行った。その結果、実施例1と同様に何れも良好な結果が得られた。またOD残存率は92.2%であった。

【0031】〔実施例3〕ジエチレングリコール10重量部、N-メチルピロリドン5重量部、イソプロピルアルコール3重量部、前記No. 23の色素3重量部に水を加え、アンモニア水でpHを9に調整して全量を100重量部とし、この組成物を実施例1に記載の方法により処理して記録液を調整した。この記録液を用いて、実施例1と同様に印字を行った結果、高濃度のマゼンタ色記録物を得た。またこの記録物に対し、実施例1の（a）～（c）による諸評価を行った。その結果、実施例1と同様に何れも良好な結果が得られた。またOD残存率は94.1%であった。

【0032】〔実施例4～34〕実施例1において前記No. 1の色素の代わりに、前記No. 2～7、No. 9～22、No. 24～34の色素をそれぞれ使用した以外は、実施例1の方法により記録液を調整し、印字を行い、この記録物に対して実施例1の（a）～（c）による諸評価を行った。その結果、実施例1と同様に何れも良好な結果を得た。また色素No. 2を使用した記録液のOD残存率は91.3%であり、色素No. 3を使用した記録液では87.8%であった。

【0033】

【発明の効果】本発明の記録液は、インクジェット記録用、筆記用具用として用いられ、普通紙に記録した場合、マゼンタ色系の記録物を得ることができ、その印字濃度及び耐光性、耐水性が優れている他、記録液としての保存安定性も良好である。

THIS PAGE BLANK (USPTO)